

?S PN=JP 63150398
S1 1 PN=JP 63150398
?T S1/7/1

1/7/1
DIALOG(R) File 352:Derwent WPI
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

007581670
WPI Acc No: 1988-215602/198831
High volume density granulation process for detergent - uses multistage crushing process with crushers having graduated meshes giving improved yield ratio

Patent Assignee: LION CORP (LIOY)
Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 63150398	A	19880623	JP 86298453	A	19861215	198831 B
JP 2599702	B2	19970416	JP 86298453	A	19861215	199720.

Priority Applications (No Type Date): JP 86298453 A 19861215

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 63150398	A	5		
JP 2599702	B2	5	C11D-011/00	Previous Publ. patent JP 63150398

Abstract (Basic): JP 63150398 A

High volume density granulation process is used to grind and granulate solid detergent using the crusher of a cutter mill having a classification screen. The crushing occurs as multiple stages with granules fed from crushers having large screen meshes to smaller mesh screen crushers. The components of the detergent are; a-olefin sulphonic acid chloride, alkyl sulphate, etc. Raw materials are kneaded and pelletised to 5-30 mm dia. The pellets are crushed by a cutter mill type crusher in multiple stages giving a final mean grain size of 500-1000 microns.

ADVANTAGE - Excessive crushing is prevented and the yield ratio is improved. Particles having sharp grain distribution are produced without many flat or needle shape particles. Crushing capacity is much improved compared with conventional systems.

0/0

Derwent Class: D25

International Patent Class (Main): C11D-011/00

International Patent Class (Additional): B01J-002/10; C11D-013/14

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-150398

⑬ Int. Cl.
C 11 D 11/00
B 01 J 2/10

識別記号
7144-4H
Z-6865-4G

⑭ 公開 昭和63年(1988)6月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 高嵩密度洗剤の造粒方法

⑯ 特願 昭61-298453

⑰ 出願 昭61(1986)12月15日

⑱ 発明者 永合一雄 千葉県千葉市高洲2-2-9-305
⑲ 発明者 福留信一 千葉県千葉市幸町2-13-7-303
⑳ 発明者 田井雄二 埼玉県朝霞市栄町3-4-27-914
㉑ 発明者 中村昌允 千葉県千葉市畠町477-10
㉒ 出願人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号
㉓ 代理人 弁理士 曽村文男 外1名

明細書

1. 発明の名称

高嵩密度洗剤の造粒方法

2. 特許請求の範囲

1. 洗剤固形物を破碎造粒するに当たり、分级スクリーンを有したカッターミルタイプの破碎機を用い、スクリーン穴径の大きい破碎機から小さい破碎機へ順次供給して多段破碎することを特徴とする高嵩密度洗剤の造粒方法。

3. 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は、高嵩密度洗剤を破碎造粒により製造する方法に関する。

従来技術

現在市販されている衣料用洗剤としては、噴霧乾燥法により平均粒径200~800μm程度の中空粒子とされており、嵩密度が0.3g/cm³程度と低くなる。しかし、噴霧乾燥洗剤は、輸送コストがかさむ上に、保管・陳列にもかなりのス

ベースが必要であり、さらに一般家庭においても置場所に困ったり、計量しにくいという問題があった。

これに対して、従来の噴霧乾燥洗剤の欠点を解消し、濃縮化することにより少ない洗剤使用量で洗浄が可能な高嵩密度粒状洗剤の組成や製造方法が提案されている(特開昭60-72998号公報、同60-72999号公報、同60-96698号公報、同61-69899号公報、同61-76597号公報)。

高嵩密度洗剤の造粒方法としては、ニーダで緊密捏和するなどして洗剤固形物を得、これを破碎造粒する方法が知られている。

特開昭61-69899号公報には、圧密化処理後にナイフカッターを用いて破碎造粒し、流動性の改良された高嵩密度の造粒洗剤を製造する方法が提案されている。

特開昭61-76597号公報には、解碎前固形物水分を5~15wt%とし、解碎処理時間を0.5~10秒として、カッターミルタイプの破碎機により高嵩密度洗剤を造粒することが報告されている。

しかしながら、カッターミルタイプの破碎機により一段で破碎造粒しようとすると、破碎造粒の物性、形状が満足できるものでなく、微粉量も増加して目的粒度の収率も低下してしまう。また、処理能力が低下し、破碎機への付着が多くなるなど、工業的に大量生産する場合に問題が大きい。

一般的な粉碎において、粗粉碎→中粉碎→微粉碎と連続して行なうことは常法とされているが、カッターミルタイプの破碎機を多段に使用して破碎することは洗剤工業においては未だ例を見ない。

発明の目的

本発明は、目的粒度の収率が高く、造粒物の物性・形状にも優れた高密度洗剤を、工業的に容易に造粒することを目的とする。

発明の構成

本発明の高密度洗剤の造粒方法は、洗剤固形物を破碎造粒するに当たり、分級スクリーンを有したカッターミルタイプの破碎機を用い、

様の特性を得ることができ、5~20重量%の水分量が好適である。

得られた捏和物はカッターミルによる破碎に先立って、押出し成形等によりペレットにする。ペレットの径は2~10mm^Φが好適であり、好ましくは4~7mm^Φである。ペレット径が小さくなりすぎると、押出し圧力の上昇により押出し機に取付けられたダイスの変形等のトラブルの原因となる。一方、ペレット径が大きすぎると、破碎機への負荷が増大する。また、ペレットの長さは、ペレット切断用ナイフへの付着や破碎機への負荷を考慮すると、5~30mmが適当であり、好ましくは5~15mmである。

ペレットは、分級スクリーンを有したカッターミルタイプの破碎機で多段に破碎されて、破碎造粒される。

最終破碎造粒物の平均粒径は300~1500μmが良好で、好ましくは500~1000μmである。粒径が大きいと洗槽中の溶解性が遅くなり、布付着、洗浄力低下の問題が生じ、逆に小さいと微

スクリーン穴径の大きい破碎機から小さい破碎機へ順次供給して多段破碎することを特徴とする。

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

カッターミルタイプの破碎機による破碎造粒の対象とされる固形洗剤は、例えば、ニーダで洗剤成分を緊密捏和し、押出し成形機等でペレット化することにより得られる。

洗剤成分としては、α-オレフィンスルホン酸塩、直鎖アルキルベンゼンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキル硫酸塩、α-スルホ脂肪酸エステル塩、石けんなどのアニオン界面活性剤；ノニオン界面活性剤；炭酸塩、珪酸塩、重炭酸塩、キレート剤(ゼオライト、クエン酸、クエン酸塩等)の無機ビルダー；その他疎水硫酸ナトリウム、漂白剤、色素、防腐などを用いることができる。

また、得られる緊密捏和物の水分は、本発明のプロセスでは破碎物性が改良されるため、前出の特開昭61-75597号公報よりも広い範囲で同

粉の増加による発塵量の増大と破碎収率の低下につながる。

カッターミルタイプの破碎機としては、多段の回転解碎刃を有し、360°解放スクリーンを通して解碎物が排出されるものであり、例えば、ニュースピードミル(岡田精工㈱)として市販されている。スクリーンの開口径を調整することにより任意の上限粒径を設定することができる。

スクリーンは、金網タイプ、ヘリンボンタイプ、パンチングメタルタイプなど特に限定されないが、スクリーン強度、破碎物の形状を考慮すると、パンチングメタルが好ましい。

高密度洗剤の多段破碎における破碎能力は、破碎機が直列に接続されるため、大能力で且つ各段共通となるようにすることが好ましい。これを実現するためには、スクリーン穴径の選定により得られる破碎機入口、出口の平均粒子径の比に最適な値があることが見出された。

(以下余白)

$dp_1 > 5000 \mu\text{m}$	$: dp_1/dp_2 = 1.1 \sim 6$
$5000 \mu\text{m} > dp_1 > 2000 \mu\text{m}$	$: dp_1/dp_2 = 1.1 \sim 3$
$2000 \mu\text{m} > dp_1 > 1000 \mu\text{m}$	$: dp_1/dp_2 = 1.1 \sim 1.5$
$dp_1 \leq 1000 \mu\text{m}$	$: dp_1/dp_2 = 1.1 \sim 1.3$

dp_1 : 破砕機に投入される粒子の平均粒子径
 dp_2 : 破砕機から排出される粒子の平均粒子径

破砕処理開始時の平均粒子径と所望する破砕造粒物の平均粒子径とが設定されると、これに従っておのずと破砕段数が決定される。そのとき、スクリーン穴径と得られる破砕物の平均粒子径との関係を予め予測できれば、さらに効果的である。

また、上記関係からも判るように、大きい粒子径では粉体表面積が小さく破砕機にかかる負荷も小さいので、入口-出口での平均粒子径の比が広くとれる。そこで、多段破砕に際しては、上段の破砕機で可能な限り破砕粒径を小さくすることが望ましい。

多段破砕に際しては、各段毎の破砕機の排出口に篩を設け、所望程度の破砕物のみを次段の破砕機に供給することもできるが、篩の目詰まり、系の複雜化、篩付面積の増加の点で不利で

破砕物の流動性改善が図られる。

助剤の添加方法としては、予め破砕前に混合する方法と、多段破砕の1段目に必要量の全量を一括添加する方法と、各段毎に分割添加する方法とがある。いずれを選定するも任意であるが、助剤効果および経済性の点で一括添加が望ましい。さらに、破砕機同士を直結し、各段間を密閉する系とすることにより(密閉直結型)、助剤の損失が少なくなり、少量の助剤添加量で効果的に作用させることができる。

破砕熱により破砕物が軟化して破砕機に付着することを防止するために、破砕機内へ冷風を導入することが望ましい。冷風温度は10~25°Cが適当であり、好ましくは15~20°Cである。また、冷風量は0.1~5 m³/kg(破砕物)が適当である。冷風量が多すぎると、破砕物の温度が著しく低下し破砕物が硬く脆くなるため、過粉砕となり微粉增加および形状劣化の原因となる。

冷風の導入方法としては、1段目への必要量の一括導入、各段への分割導入のいずれでもよ

ある。そこで、1段目の破砕機からの排出物(破砕物)をそのまま2段目(さらには順次3段目以降)の破砕機に供給する直結型が好ましい。

破砕に際しては、破砕助剤を添加することが好ましい。破砕助剤は一般に粉砕助剤(grinding aid)として知られており、粉砕機中に少量添加することにより、粉砕効率の低減、粉砕粒度の改善、粉砕製品の性状の改善などの作用を有する。

破砕助剤の粒度は50 μm以下が好適であり、好ましくは20 μm以下である。また、添加量は破砕量に対して0.5~10重量%が好適である。破砕助剤の種類としては、ステアリン酸塩、A型ゼオライト等のアルミノ珪酸塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸マグネシウム、二酸化珪素、二酸化チタン、微粉砕された炭酸ナトリウム、硫酸ナトリウムが望ましい。これらの破砕助剤が破砕物表面に付着し、破砕物の表面活性を低下させることにより、破砕機への付着防止およびこれに伴なう破砕効率の低減や、

い。また、破砕機より排出された冷風は、粉体と分離した後にリサイクルすることが経済性から見て得策である。

発明の効果

本発明によれば、スクリーン穴径の大きいカッターミルタイプの破砕機から小さい穴径のものに順次供給し、目的粒径の造粒物となるまで多段破砕することにより、破砕機投入前後の平均粒子径比が小さくなり、過度な破砕を受けず、微粉量が減少して収率が向上する。

また、過度な破砕を受けないことと、破砕室内での円心効果(整粒)を多く受けることが相まって、シャープな粒度分布をもち、偏平粒子や針状粒子がほとんどない形状の改善された破砕粒物が得られ、商品価値の高い高密度洗剤の造粒方法として工業的に有効な方法である。

さらに、本発明の多段破砕造粒に用いたと同じ数の破砕機を従来技術の一段破砕方法として並列に並べた場合と比較して、破砕能力を向上させることができる。この場合に各段の破砕機

において、破碎機の出入口での平均粒子径比を適切な値に設定し、必要な破碎の程度(小粒化)量を各段に割り振ることにより、破碎能力をよりいっそう効果的に改善することができる。

実施例

直鎖C ₁₂ アルキルベンゼンスルホン酸K	16重量部
直鎖C ₁₂ アルキルベンゼンスルホン酸Na	6重量部
C ₁₄₋₁₆ α-オレフィンスルホン酸Na	15重量部
A型ゼオライト	22重量部
非イオン界面活性剤	5重量部
炭酸ナトリウム	13重量部
炭酸カリウム	11.5重量部
重炭酸ナトリウム	6重量部
亜硫酸ナトリウム、萤光剤	3.5重量部

上記組成物を後記の表-1に示した水分量に調整し、ニードラーにより密密捏和した。

ついで、押出し成形機(不二パウダーリペッター)を用い、ダイスの穴径を変えて表-1に示す粒径のペレットを製造し、これを破碎機に定量フィードした。

破碎機は、岡田精工㈱ニュースピードミルND30型で、長さ20cmのカッターをクロス4段有しており、4000rpmで回転使用した。スクリーンはパンチングメタルを用いた。

破碎機には表-1に示した破碎助剤を添加した。ここで多段破碎のものについては、全量を一段目に一括添加した。

また、破碎機には、表-1に示した条件で冷風を導入した。多段破碎のものについては、1段目に一括導入した。

破碎能力、破碎物平均粒子径、微粉量、破碎物嵩密度、流動性、粒子形状および破碎機への付着状態を測定ないしは評価し、表-1に示した。

ここで流出速度は次のようにして測定した。

流出速度の測定法

出口径20mmのホッパーに破碎物を入れ、出口のゲートを開いて破碎物を流出させる。その時、ホッパー上部のレベルを一定に保った場合の、単一時間における流出量を測定した。

(以下余白)

表-1

実験番号	比					実験結果					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
平均粒子径(μm)	7000	7000	3000	3000	7000	7000	3000	7000	7000	7000	7000
水 分(%)	10	10	10	10	18	10	10	10	10	10	18
助 剤	ゼオライト	ゼオライト	ゼオライト	ゼオライト	ゼオライト	ゼオライト	ソーダ灰	ソーダ灰	ゼオライト	ソーダ灰	カルシウムゼオライト
粗 粒 度(破碎度)	4	4	4	4	6	4	4	4	6	4	6
粒 子 径(μm)	1	1	1	1	1	30	30	1	30	1	1
流 通 (m ³ /h)	200	400	200	200	200	200	200	200	200	200	200
温 度(°C)	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
バ ンチ ング 大 き い	1段(=m ⁶)	1.5	1.5	1.5	1.5	3.0	2.0	3.5	3.5	3.5	3.5
チ ダ ン ブル グ 大 き い	2段(=m ⁶)	-	-	-	-	1.5	1.5	2	2	2	2
3段(=m ⁶)	-	-	-	-	-	-	-	1.5	1.5	1.5	1.5
破碎能力(km ³ /h) ²²	150	200	230	300	80	350	500	630	600	620	500
破 碎 物	1段(=m ⁶)	850	オ	オ	オ	1160	1050	1250	1280	1280	1200
平 均 粒 子 径	2段(=m ⁶)	-	1口	1口	1口	770	750	800	920	900	900
微 粉 量(600pass%)	3段(=m ⁶)	-	バースト	バースト	バースト	-	-	740	750	750	720
破碎物表面積(μm ²)	内包角(°)	40	45	45	45	15	8	7	5	4	4
物 性	流出速度(g/sec)	58	-	64	-	67	70	73	76	72	76
破 碎 物 粒 子 形 状	偏平・針状粒子の存在有無	かなり多い	少ない	少ない	少ない	少ない	少ない	少ない	少ない	少ない	少ない
	内包った粒子の粒度分布も	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子	内包った粒子
	全 体 的 外 観	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
破碎機への付着状態	スクリーンカッターへの付着	スクリーンカッターへの付着	スクリーンカッターへの付着	スクリーンカッターへの付着	スクリーンカッターへの付着	2段目スクリーンに若干付着	2段目スクリーンに若干付着	なし	なし	なし	なし

注1)ホンカワミクロン㈱ACMバルベライザーにて微粉
注2)多段破碎の場合は、各段能力をほぼ均一にしたときの平均能力

手続補正書

昭和62年2月10日

特許庁長官 黒田明雄

1. 事件の表示

昭和61年特許願第298453号

以 上

2. 発明の名称

高密度洗剤の造粒方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(676) ライオン株式会社

代表者 小林 敦

4. 代理人

東京都千代田区神田小川町1-11

平岡

(8654)弁理士 日村 文男

電話 東京 (293) 2715

5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内

(1) 明細 第11頁9行に「22重量部」とあるのを、
『24重量部』に訂正する。